

PCT/FR2004/050537 2 9 OCT. 2004

REC'D 18 JAN 2005 WIPO **PCT**

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

> 14 SEP. 2004 Fait à Paris, le .

> > Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1. a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT TIONAL DE SIEGE 75800 PARIS cedex 08 Téléphone: 33 (0)1 53 04 53 04 Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23 www.inpl.fr







BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITE

26bis, rue de Saint-Pétersbourg 75800 Paris Cédex 08

Téléphone: 01 53.04.53.04 Télécopie: 01.42.94.86.54

Code de la propriété intellectuelle-livreVi

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

DATE DE REMISE DES PIÈCES:

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL:

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT:

DATE DE DÉPÔT:

DATE DE DÉPÔT:

Vos références pour ce dossier: S6385 FSM/NS

Fiona MERCEY

L'AIR LIQUIDE SA

75 Quai d'Orsay

75321 PARIS CEDEX 07

France

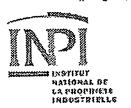
1 NATURE DE LA DEMANDE	
Demande de brevet	
2 TITRE DE L'INVENTION	
	Procédé et appareil de séparation d'air par distillation cryogénique
3 DECLARATION DE PRIORITE OU REQUETE DU BENEFICE DE LA DATE DE DEPOT D'UNE DEMANDE ANTERIEURE FRANCAISE	Pays ou organisation Date N°
4-1 DEMANDEUR	
Nom	L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE
Suivi par	Fiona MERCEY
Rue	75 Quai d'Orsay ,
Code postal et ville	75321 PARIS CEDEX 16
Pays	France
Nationalité	France
Forme juridique	Société anonyme
N° SIREN	552 096 281
Code APE-NAF	241A
N° de téléphone	01 40 62 53 51
N° de télécopie	01 40 62 56 95
Courrier électronique	fiona.mercey@airliquide.com

A MANDATAIRE	MERCEY			
om rénom qualité cabinet ou Société Rue Code postal et ville N° de téléphone Courrier électronique B DOCUMENTS ET FICHIERS JOINTS Texte du brevet	Fiona Liste spéciale: S.0' L'AIR LIQUIDE SA 75 Quai d'Orsay 75321 PARIS CEU 01 40 62 53 51 01 40 62 56 95 fiona.mercey@air Fichier électroniqu textebrevet.pdf dessins.pdf	DEX 07	: PG10568	Détails D 4, R 2, AB 1 page 2, figures 1, Abrégé page 2, Fig.1
Dessins Désignation d'inventeurs Pouvoir général				pago z _i . · · ·
7 MODE DE PAIEMENT Mode de paiement Numéro du compte client	Prélèvement du 6 516	compte courant		
8 RAPPORT DE RECHERCHE Etablissement immédiat 9 REDEVANCES JOINTES 062 Dépôt 063 Rapport de recherche (R.R.)	Devise EURO EURO	Taux 0.00 320.00	Quantité 1.00 1.00	Montant à payer 0.00 320.00 320.00

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Signé par Signataire: FR, L'Air Liquide SA, F.Mercey Emetteur du certificat: DE, D-Trust GmbH, D-Trust for EPO 2.0

Fonction L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE (Demandeur 1)



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITE

Réception électronique d'une soumission

Il est certifié par la présente qu'une demande de brevet (ou de certificat d'utilité) a été reçue par le biais du dépôt électronique sécurisé de l'INPI. Après réception, un numéro d'enregistrement et une date de réception ont été attribués automatiquement.

> Demande de brevet : X Demande de CU:

DATE DE RECEPTION	4 novembre 2003		
TYPE DE DEPOT	INPI (PARIS) - Dépôt électronique	Dépôt en ligne: X Dépôt sur support CD:	
Nº D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUE PAR L'INPI	0350779		
Vos références pour ce dossier	S6385 FSM/NS		
DEMANDEUR			
Nom ou dénomination sociale	L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE		
Nombre de demandeur(s)	1		
Pays	FR		
TITRE DE L'INVENTION Procédé et appareil de séparation d'air par	distillation cryogénique		
DOCUMENTS ENVOYES	Requetefr.PDF	fee-sheet.xml	
package-data.xml	ValidLog.PDF	textebrevet.pdf	
Design.PDF FR-office-specific-info.xml	application-body.xml	request.xml	
dessins.pdf	indication-bio-deposit.xml		
EFFECTUE PAR			
Effectué par:	F.Mercey		
Date et heure de réception électronique:	4 novembre 2003 12:51:14	4 novembre 2003 12:51:14	
Empreinte officielle du dépôt	E1:16:3F:5E:78:CC:AA:47:08:4A:D4:E1:8B:02:CA:5E:52:46:61:66		

/ INPI PARIS, Section Dépôt /

SIEGE SOCIAL

INSTITUT 26 bis, rue do Saint Potensbourg NATIONAL DE 75800 PARIS cedex 08 LA PROPRIÈTE Téléphone : 01 53 04 53 04 INDUSTRIELLE Telácopie: 01 42 93 59 30

La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de séparation d'air par distillation cryogénique. En particulier il concerne un procédé de séparation d'air utilisant une colonne de mélange pour la production d'oxygène gazeux impur.

5

Il est connu de EP-A-0538118 d'utiliser une double colonne et une colonne de mélange pour produire de l'oxygène impur avec un surpresseur dédié d'air pour comprimer l'air à la pression de la colonne de mélange.

La présente invention vise à réduire les coûts d'investissement d'un tel appareil.

10

15

Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans une installation comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et une colonne de mélange dans lequel

- i) on comprime de l'air dans un compresseur, on le refroidit dans une ligne d'échange et on envoie une première partie de l'air à la cuve de la colonne de mélange
- ii) on envoie une deuxième partie de l'air à la colonne moyenne pression où il se sépare
- iii) on envoie un liquide enrichi en oxygène et un liquide enrichi en azote de la colonne moyenne pression vers la colonne basse pression

20

- iv) on envoie un liquide riche en oxygène de la colonne basse pression vers la tête de la colonne de mélange
- v) on soutire au moins un débit de liquide de la colonne moyenne ou basse pression

25

- vi) on surpresse la deuxième partie de l'air dans un surpresseur, on le refroidit dans la ligne d'échange, on la divise en une première fraction et une deuxième fraction
- vii) on refroidit la première fraction de l'air dans la ligne d'échange, on le liquéfie au moins partiellement et on l'envoie à la colonne moyenne pression et/ou la colonne basse pression

30

- viii) on détend la deuxième fraction de l'air dans une turbine Claude et on l'envoie à la colonne moyenne pression et
- ix) on soutire un débit riche en oxygène de la colonne de mélange et on le réchauffe dans la ligne d'échange.

Selon d'autres aspects facultatifs :

- le liquide soutiré de la colonne moyenne ou basse pression est un produit final
 - le surpresseur est couplé à la turbine Claude.
 - le surpresseur est un surpresseur froid.
 - la colonne de mélange opère à entre 8 et 20 bars abs.
 - tout l'air destiné à la distillation est comprimé à entre 8 et 20 bars abs.
 - entre 40 et 90 % de l'air destiné à la distillation est surpressé.
 - l'air surpressé est surpressé à entre 12 et 30 bars abs.

Selon un autre aspect de l'invention, il est prévu une installation de séparation d'air par distillation cryogénique dans un appareil comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et une colonne de mélange, une turbine Claude, un surpresseur, des moyens pour comprimer de l'air, des moyens pour envoyer une partie de l'air comprimé de l'air à la colonne de mélange, des moyens pour envoyer une autre partie de l'air comprimé au surpresseur, des moyens pour envoyer une fraction de l'air surpressé à la turbine Claude et pour envoyer l'air détendu à la colonne moyenne pression, des moyens pour envoyer le reste de l'air surpressé à la colonne moyenne pression et/ou basse pression après liquéfaction et détente et des moyens pour soutirer au moins un liquide de la colonne moyenne pression et/ou de la colonne basse pression comme produit final.

Le surpresseur peut être couplé à la turbine Claude.

Un exemple de mise en œuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard du dessin annexé, sur lequel la figure 1 représente schématiquement un mode de réalisation de l'installation de distillation d'air conforme à l'invention.

L'installation de distillation d'air représentée à la figure 1 est destinée à produire de l'oxygène impur OI, par exemple ayant une pureté de 80 à 97 % et de préférence de 85 à 95 % sous une pression déterminée P nettement différente de 6 x 10⁵ Pa abs., par exemple sous 8 à 20 x 10⁵ Pa. L'installation comprend essentiellement une ligne d'échange thermique 1, une double colonne de distillation comprenant elle-même une colonne moyenne pression 3, une colonne basse pression 4 et un condenseur-vaporiseur principal 5, et une colonne de mélange 6. La colonne de mélange 6 et la colonne basse pression 4 sont intégrées dans une seule structure. La colonne moyenne pression 3 forme une structure à part et est surmontée du condenseur-vaporiseur 5, comme décrit dans

20

25

5

10

15

EP-A-1978212. Les colonnes 3 et 4 fonctionnent typiquement sous environ 6×10^5 Pa et environ 1×10^5 Pa respectivement.

Comme expliqué en détail dans le document US-A-4,022,030, une colonne de mélange est une colonne qui a la même structure qu'une colonne de distillation mais qui est utilisée pour mélanger de façon proche de la réversibilité un gaz relativement volatil, introduit à sa base, et un liquide moins volatil, introduit à son sommet.

Un tel mélange produit de l'énergie frigorifique et permet donc de réduire la consommation d'énergie liée à la distillation. Dans le cas présent, ce mélange est mis à profit, en outre, pour produire directement de l'oxygène impur sous la pression P, comme cela sera décrit ci-dessous.

L'air à séparer par distillation est comprimé à 15 x 10⁵ Pa (en général entre 8 et 20 x 10⁵ Pa) dans un compresseur C01 et convenablement épuré, est divisé en deux. Une partie de cet air constituant entre 40 et 90% de l'air est surpressée dans un surpresseur 8 jusqu'à une pression d'entre 12 et 30 x 10⁵ Pa, refroidie dans la ligne d'échange 1 et divisé en deux fractions. Une fraction poursuit son refroidissement dans la ligne d'échange 1 où elle se liquéfie au moins partiellement avant d'être introduite à la colonne moyenne pression 3 par une conduite 7. Une partie ou tout cet air liquéfié peut être envoyé à la colonne basse pression 4. Une autre fraction de l'air surpressé en 8 puis refroidie, est détendue à la moyenne pression dans une turbine Claude 9 couplée au surpresseur 8, puis envoyé en cuve de la colonne moyenne pression 3 sous forme gazeuse, quelques plateaux en dessous du point d'arrivée de la conduite 7. Du « liquide riche » (air enrichi en oxygène), prélevé en cuve de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 10, introduit dans la colonne 4. Du « liquide pauvre » (azote impur) 11 prélevé en haut de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 12, introduit au sommet de la colonne 4, et le gaz produit en tête de la colonne 4 constituant le gaz résiduaire NI de l'installation est réchauffé dans la ligne d'échange 1 et évacué de l'installation.

30

25

5

10

15

20

De l'oxygène liquide, plus ou moins pur suivant le réglage de la double colonne 2, est soutiré en cuve de la colonne 4, envoyé par la conduite 24 au condenseur-vaporiseur 5 où il se vaporise partiellement formant un gaz 25 qui est renvoyé à la colonne basse pression 4. Du liquide 26 est soutiré du condenseur 5, porté par une pompe 13 à une pression P1, légèrement supérieure à la pression P

EP-A-1978212. Les colonnes 3 et 4 fonctionnent typiquement sous environ 6×10^5 Pa et environ 1×10^5 Pa respectivement.

Comme expliqué en détail dans le document US-A-4,022,030, une colonne de mélange est une colonne qui a la même structure qu'une colonne de distillation mais qui est utilisée pour mélanger de façon proche de la réversibilité un gaz relativement volatil, introduit à sa base, et un liquide moins volatil, introduit à son sommet.

Un tel mélange produit de l'énergie frigorifique et permet donc de réduire la consommation d'énergie liée à la distillation. Dans le cas présent, ce mélange est mis à profit, en outre, pour produire directement de l'oxygène impur sous la pression P, comme cela sera décrit ci-dessous.

L'air à séparer par distillation est comprimé à 15 x 10⁵ Pa (en général entre 8 et 20 x 10⁵ Pa) dans un compresseur C01 et convenablement épuré, est divisé en deux. Une partie de cet air constituant entre 40 et 90% de l'air est surpressée dans un surpresseur 8 jusqu'à une pression d'entre 12 et 30 x 10⁵ Pa, refroidie dans la ligne d'échange 1 et divisé en deux fractions. Une fraction poursuit son refroidissement dans la ligne d'échange 1 où elle se liquéfie au moins partiellement avant d'être introduite à la colonne moyenne pression 3 par une conduite 7. Une partie ou tout cet air liquéfié peut être envoyé à la colonne basse pression 4. Une autre fraction de l'air surpressé en 8 puis refroidie, est détendue à la moyenne pression dans une turbine Claude 9 couplée au surpresseur 8, puis envoyé en cuve de la colonne moyenne pression 3 sous forme gazeuse, quelques plateaux en dessous du point d'arrivée de la conduite 7. Du « liquide riche » (air enrichi en oxygène), prélevé en cuve de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 10, introduit dans la colonne 4. Du « liquide pauvre » (azote impur) 11 prélevé en haut de la colonne 3 est, après détente dans une vanne de détente 12, introduit au sommet de la colonne 4, et le gaz produit en tête de la colonne 4 constituant le gaz résiduaire NI de l'installation est réchauffé dans la ligne d'échange 1 et évacué de l'installation.

De l'oxygène liquide, plus ou moins pur suivant le réglage de la double colonne, est soutiré en cuve de la colonne 4, envoyé par la conduite 24 au condenseur-vaporiseur 5 où il se vaporise partiellement formant un gaz 25 qui est renvoyé à la colonne basse pression 4. Du liquide 26 est soutiré du condenseur 5, porté par une pompe 13 à une pression P1, légèrement supérieure à la pression P

30

5

10

15

20

précitée pour tenir compte des pertes de charge (P1-P inférieur à 1 x 10⁵ Pa), et en partie introduit au sommet de la colonne 6. Une partie 27 de l'oxygène liquide peut être envoyé à un stockage. De l'air auxiliaire 2 provenant du compresseur C01, comprimé à une pression largement au-dessus de la moyenne pression et refroidi partiellement dans la ligne d'échange 1, est introduit à la base de la colonne de mélange 6. De cette dernière sont soutirés trois courants de fluide : à sa base, du liquide voisin du liquide riche et réuni à ce dernier via une conduite 15 munie d'une vanne de détente 15A; en un point intermédiaire, un mélange essentiellement constitué d'oxygène et d'azote, qui est renvoyé en un point intermédiaire de la colonne basse pression 4 via une conduite 16 munie d'une vanne de détente 17; et à son sommet de l'oxygène impur, qui, après réchauffement dans la ligne d'échange thermique, est évacué, sensiblement à la pression P, de l'installation via une conduite 18 en tant que gaz de production OI.

Un débit d'azote liquide 29 est soutiré en tête de la colonne moyenne pression 3 comme produit final.

On a également représenté sur la figure 1 des échangeurs de chaleur auxiliaires 19, 20 assurant la récupération du froid disponible dans les fluides en circulation dans l'installation.

Il sera aisément compris que la double colonne composée des colonnes 3 et 4 peut former une seule structure de façon classique, la colonne de mélange 6 formant une structure à part.

Eventuellement un débit d'oxygène liquide pressurisé et/ou un débit d'azote liquide pressurisé peut se vaporiser dans la ligne d'échange 1 ou dans un vaporiseur dédié.

20

5

10

précitée pour tenir compte des pertes de charge (P1-P inférieur à 1 x 10⁵ Pa), et en partie introduit au sommet de la colonne 6. Une partie 27 de l'oxygène liquide peut être envoyé à un stockage. De l'air auxiliaire provenant du compresseur C01, comprimé à une pression largement au-dessus de la moyenne pression et refroidi partiellement dans la ligne d'échange 1, est introduit à la base de la colonne de mélange 6. De cette dernière sont soutirés trois courants de fluide : à sa base, du liquide voisin du liquide riche et réuni à ce dernier via une conduite 15 munie d'une vanne de détente 15A; en un point intermédiaire, un mélange essentiellement constitué d'oxygène et d'azote, qui est renvoyé en un point intermédiaire de la colonne basse pression 4 via une conduite 16 munie d'une vanne de détente 17; et à son sommet de l'oxygène impur, qui, après réchauffement dans la ligne d'échange thermique, est évacué, sensiblement à la pression P, de l'installation via une conduite 18 en tant que gaz de production OI.

Un débit d'azote liquide est soutiré en tête de la colonne moyenne pression 3 comme produit final.

On a également représenté sur la figure 1 des échangeurs de chaleur auxiliaires 19, 20 assurant la récupération du froid disponible dans les fluides en circulation dans l'installation.

Il sera aisément compris que la double colonne composée des colonnes 3 et 4 peut former une seule structure de façon classique, la colonne de mélange 6 formant une structure à part.

Eventuellement un débit d'oxygène liquide pressurisé et/ou un débit d'azote liquide pressurisé peut se vaporiser dans la ligne d'échange 1 ou dans un vaporiseur dédié.

5

10

15

REVENDICATIONS

 Procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans une installation comprenant une colonne moyenne pression (3), une colonne basse pression (4) et une colonne de mélange (6) dans lequel

5

10

15

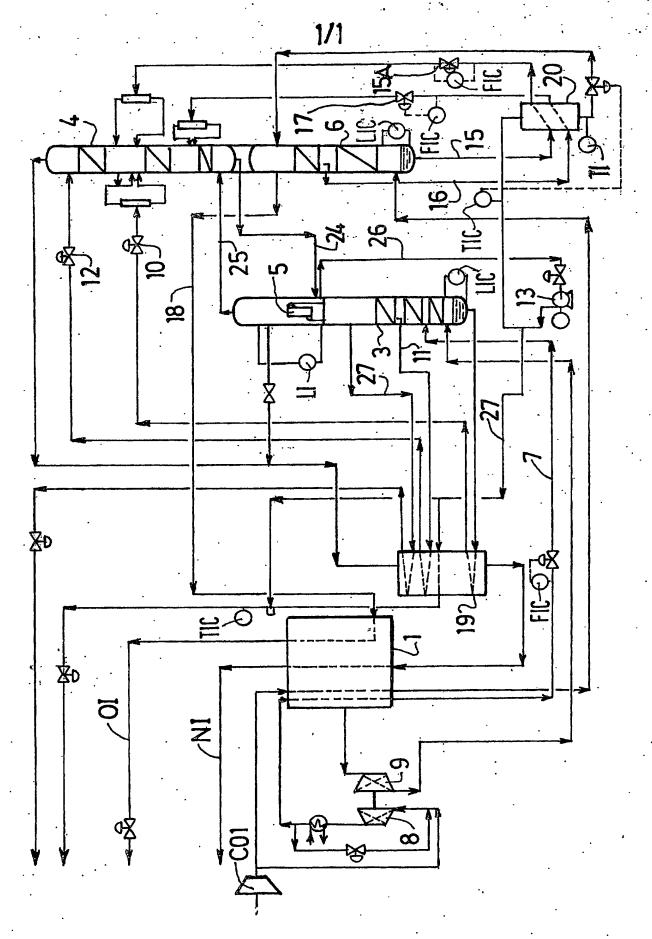
20

- i) on comprime de l'air dans un compresseur (C01), on le refroidit dans une ligne d'échange (1) et on envoie une première partie (2) de l'air à la cuve de la colonne de mélange
- ii) on envoie une deuxième partie de l'air à la colonne moyenne pression où il se sépare
- iii) on envoie un liquide enrichi en oxygène (19) et un liquide enrichi en azote (11) de la colonne moyenne pression vers la colonne basse pression
- iv) on envoie un liquide riche en oxygène (26) de la colonne basse pression vers la tête de la colonne de mélange
- v) on soutire au moins un débit de liquide (29) de la colonne moyenne ou basse pression
- vi) on surpresse la deuxième partie de l'air dans un surpresseur (8), on le refroidit dans la ligne d'échange, on la divise en une première fraction et une deuxième fraction
- vii) on refroidit la première fraction de l'air dans la ligne d'échange, on le liquéfie au moins partiellement et on l'envoie à la colonne moyenne pression et/ou la colonne basse pression
- viii) on détend la deuxième fraction de l'air dans une turbine Claude (9) et on l'envoie à la colonne moyenne pression et
- ix) on soutire un débit riche en oxygène (18) de la colonne de mélange et on le réchauffe dans la ligne d'échange.
- Procédé selon la revendication 1 dans lequel le liquide (27, 29) soutiré de la
 colonne moyenne ou basse pression est un produit final.
 - Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel le surpresseur (8) est couplé à la turbine Claude (9).

15

20

- Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3 dans lequel le surpresseur est un surpresseur froid.
- 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne
 de mélange (6) opère à entre 8 et 20 bars abs.
 - Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel tout l'air destiné à la distillation est comprimé à entre 8 et 20 bars abs.
- 7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel entre 40 et
 90 % de l'air destiné à la distillation est surpressé.
 - 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'air surpressé est surpressé à entre 12 et 30 bars abs.
 - 9. Installation de séparation d'air par distillation cryogénique dans un appareil comprenant une colonne moyenne pression (3), une colonne basse pression (4) et une colonne de mélange (6), une turbine Claude (9), un surpresseur (8), des moyens pour comprimer de l'air (C01), des moyens (2) pour envoyer une partie de l'air comprimé de l'air à la colonne de mélange, des moyens pour envoyer une autre partie de l'air comprimé au surpresseur, des moyens pour envoyer une fraction de l'air surpressé à la turbine Claude et pour envoyer l'air détendu à la colonne moyenne pression, des moyens pour envoyer le reste de l'air surpressé à la colonne moyenne pression et/ou basse pression après liquéfaction et détente et des moyens pour soutirer au moins un liquide (27, 29) de la colonne moyenne pression et/ou de la colonne basse pression comme produit final.
 - 10. Installation selon la revendication 9 dans lequel le surpresseur (8) est couplé
 30 à la turbine Claude (9).





BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITE

Désignation de l'inventeur

Vos références pour ce dossier	S6385 FSM/NS
N°D'ENREGISTREMENT NATIONAL	
TITRE DE L'INVENTION	
	Procédé et appareil de séparation d'air par distillation cryogénique
LE(S) DEMANDEUR(S) OU LE(S)	
MANDATAIRE(S):	
DESIGNE(NT) EN TANT	
QU'INVENTEUR(S):	
Inventeur 1	
Nom	LE BIHAN .
Prénoms	Hervé
Rue	15 rue Gounod
Code postal et ville	94370 SUCY-EN-BRIE
Société d'appartenance	L'Air Liquide SA

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Signataire: FR, L'Air Liquide SA, F.Mercey
Emetteur du certificat: DE, D-Trust GmbH, D-Trust for EPO 2.0

L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE (Demandeur 1)